

Project 303.7910

Monitoring vlees, organen en vetten op bestrijdingsmiddelen, diergeneesmiddelen en zware metalen voor de VD (VREK).

Rapport 89.02

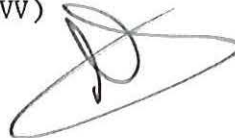
Februari 1989

SAMENVATTING ANALYSERESULTATEN VOOR
CHLOORAMFENICOL EN VOOR SULFONAMIDEN IN
VLEES EN EIMONSTERS GENOMEN IN HET KADER
VAN HET VREK-PROGRAMMA 1988

H.J. Keukens

Goedgekeurd door: drs M.M.L. Aerts (RIKILT)

L.M.H. Frijns (CLRVV)



Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten (RIKILT)

Bornsesteeg 45, 6708 PD Wageningen

Postbus 230, 6700 AE Wageningen

Telefoon 08370-19110

Telex 75180 RIKIL

Telefax 08370-17717

Rijksdienst voor de keuring van Vee en Vlees

Centraal Laboratorium

Bornsesteeg 41, 6708 PD Wageningen

Postbus 144, 6700 AC Wageningen

Telefoon 08370-23666

Telefax 08370-10523

Copyright 1989, Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouw-
produkten.

Centraal Laboratorium Rijksdienst voor de keuring van Vee en Vlees.

Overname van de inhoud is toegestaan, mits met duidelijke
bronvermelding.

VERZENDLIJST:

INTERN:

directeur
sectorhoofden
afdeling DGM (4x)
projectleider
circulatie

EXTERN:

directie DLO
directie VD
directie VKA
directie VZ
leden ad-hoc werkgroep VREK
LAC-stuurgroep zuivelverontreiniging
LAC-stuurgroep vee, vlees en eieren
LAC-groep diergeneesmiddelen
CLRVV (dhr Frijs)
directie RVV
dr Stephany, RIVM
dr Nouws, RVV-6
dhr van Gend, KvW Utrecht
directeur PR-Lelystad
directeur PV-Rosmalen
CAD Varkenshouderij-Rosmalen
CAD Rundveeverbetering-Arnhem
CAD Pluimveehouderij-Beekbergen
Agralin, PUDOC
CAD Voedervoorziening-Lelystad
CIVO-TNO (ir R.H. de Vos)

ABSTRACT

SAMENVATTING ANALYSERESULTATEN VOOR CHLOORAMFENICOL EN VOOR SULFONAMIDEN IN VLEES EN EIMONSTERS GENOMEN IN HET KADER VAN HET VREK-PROGRAMMA 1988.

SUMMARY OF THE RESULTS OF THE DETERMINATION OF CHLORAMPHENICOL AND SULFONAMIDES IN MEAT AND EGGS ANALYSED WITHIN THE VREK-MONITORING PROGRAM IN 1988.

Report 89.02 February 1989

H.J. Keukens

State Institute for Quality Control of Agricultural Products (RIKILT)
P.O. Box 230, 6700 AE Wageningen, the Netherlands

5 references

Within the VREK-monitoring program, in 1988 overall 107 samples were analysed. Chloramphenicol (CAP) was determined in 36 samples porkmeat, 23 samples cowmeat, 24 samples chickenmeat and 24 samples egg. One porkmeat sample, code 04-Va-10, was found positive on chloramphenicol. The CAP-concentration found to be 0.006 mg/kg. The CAP content in all other investigated samples was below the limit of determination (5 µg/kg).

All porkmeatsamples, 60, were also screened for the presence of sulfonamides.

One sample, code 05-Va-01, contained 0,9 mg/kg sulfamethazine.

The other samples did not exceed the action-level of 0.1 mg/kg for any individual sulfonamide. In 2 samples residues of sulfamethazine were found at a level between 0.01 and 0.1 mg/kg.

Keywords: VREK, chloramphenicol, sulfonamides, meat, eggs.

()

()

INHOUD	<u>b1z</u>
ABSTRACT	1
SAMENVATTING	5
1 INLEIDING	7
2 METHODEN EN MATERIALEN	
3 RESULTATEN	
4 CONCLUSIE	
LITERATUUR	

()

()

SAMENVATTING

In het kader van het VREK-programma zijn in 1988 in totaal 107 monsters geanalyseerd te weten 60 monsters varkensvlees, 23 monsters rundvlees, 24 monsters kipvlees en 24 monsters ei. Met uitzondering van 24 monsters varkensvlees zijn alle monsters geanalyseerd op de aanwezigheid van chlooramfenicol. In één monster varkensvlees, code 04-Va-10, werd 0,006 mg/kg chlooramfenicol gevonden. In alle overige monsters was het gehalte lager dan de voor de toegepaste analyse-methode geldende bepaalbaarheidsgrens ($< 5 \text{ ug/kg}$).

Daarnaast zijn alle varkensvleesmonsters gescreend op de aanwezigheid van sulfonamiden. De actiegrens van 0,1 mg/kg voor de afzonderlijke componenten werd in één monster overschreden. In het monster met code 05-Va-01 werd 0,9 mg/kg sulfamethazine aangetoond. Daarnaast werden in 2 monsters sulfamethazine gehalten aangetroffen tussen 0,01 en 0,1 mg/kg.

()

()

1 INLEIDING

In het kader van het VREK-programma worden vlees-, orgaan- en vetmonsters van runderen, varkens en kippen onderzocht op zware metalen, organochloor- en organofosforverbindingen en diergeneesmiddelen. Het onderzoeksprogramma voor diergeneesmiddelen zoals uitgevoerd in 1988 was gelijk aan dat van 1987 (RIKILT-RAPPORT 88.16). Het monsteronderzoek wordt uitgevoerd door het Centraal Laboratorium van de RVV in Wageningen. Het RIKILT blijft verantwoordelijk voor kwaliteitsborging van de resultaten. In dit verslag worden de resultaten over 1988 gepresenteerd.

2 METHODEN EN MATERIALEN

De varkens-, rund- en kipvleesmonsters zijn geanalyseerd op chlooramfenicol (CAP) volgens intern analysevoorschrift A402.

Deze methode is gezien de resultaten van een ringstudie (RIKILT-rapport 87.63) geschikt als routinematige bepalingsmethode. De bepaalbaarheidsgrens van de methode bedraagt 0,005 mg/kg en de detectielimiet is kleiner dan 0,002 mg/kg. In het kader van de kwaliteitborging van de analyseresultaten werd per serie monsters een blanco monster, een monster met toevoeging van CAP, een positief referentiemonster en een "blind" monster - een monster met een voor de analist onbekend CAP-gehalte - geanalyseerd. De eimonsters welke worden aangeleverd door CIVO-TNO zijn op chlooramfenicol onderzocht volgens intern analysevoorschrift A-505. De bepaalbaarheidsgrens bedraagt 0,002 mg/kg en de detectielimiet 0,001 mg/kg. Ter controle werden per serie monsters een blanco en een blanco eimonster met toevoeging van CAP geanalyseerd.

De monsters varkensvlees zijn gescreend op de aanwezigheid van sulfonamiden en in het bijzonder sulfamethazine, sulfanilamide, sulfachinoxaline, sulfadoxine en sulfadiazine. De bepaalbaarheidsgrens van de toegepaste methode, intern analysevoorschrift A 156, bedraagt 0,01 mg/kg voor de afzonderlijke componenten. Gehalten boven 0,1 mg/kg worden bevestigd met een kwantitatieve HPLC-methode volgens Haagsma (1985). Ter controle werd per serie monsters een blanco monster, een monster met toevoeging van 10 µg/kg van elk der genoemde sulfonamiden en sedert juli 1988 een referentiemonster en een "blind" monster geanalyseerd.

3 RESULTATEN

De analyseresultaten voor chlooramfenicol en sulfonamiden in varkensvlees zijn gegeven in tabel 1.

Tabel 1: Analyseresultaten voor chlooramfenicol en sulfonamiden in monsters varkensvlees genomen in het kader van het VREK-programma 1988.

VREK-code	CLRVV nummer	CAP-gehalte mg/kg	Sulfonamiden
01-Va-01	88 VREK 5	-	-
07-Va-01	88 VREK 6	-	-
13-Va-01	88 VREK 10	-	-
05-Va-01	88 VREK 8		0,9 mg/kg sulfamethazine
09-Va-01	88 VREK 4		-
11-Va-01	88 VREK 1		-
04-Va-02	88 VREK 23	-	-
06-Va-02	88 VREK 22	-	-
14-Va-02	88 VREK 20	-	-
02-Va-02	88 VREK 23		-
01-Va-03	88 VREK 28	-	-
07-Va-03	88 VREK 30	-	-
13-Va-03	88 VREK 40	-	-
05-Va-03	88 VREK 27		-
09-Va-03	88 VREK 26		-
11-Va-03	88 VREK 25		-
04-Va-04	88 VREK 45	-	-
06-Va-04	88 VREK 44	-	-
14-Va-04	88 VREK 54	-	-
02-Va-04	88 VREK 41		-
01-Va-05	88 VREK 51	-	-
07-Va-05	88 VREK 53	-	+ sulfamethazine
13-Va-05	88 VREK 46	-	-
05-Va-05	88 VREK 48		-
09-Va-05	88 VREK 52		-
11-Va-05	88 VREK 47		+ sulfamethazine
04-Va-06	88 VREK 63	-	-
06-Va-06	88 VREK 67	-	-
14-Va-06	88 VREK 68	-	-
02-Va-06	88 VREK 64		-
01-Va-07	88 VREK 82	-	-
07-Va-07	88 VREK 85	-	-
13-Va-07	88 VREK 80	-	-
05-Va-07	88 VREK 70		-
09-Va-07	88 VREK 69		-
11-Va-07	88 VREK 71		-
04-Va-08	88 VREK 77	-	-
06-Va-08	88 VREK 97	-	-
14-Va-08	88 VREK 78	-	-
02-Va-08	88 VREK 76		-
01-Va-09	88 VREK 94	-	-
07-Va-09	88 VREK 106	-	-
13-Va-09	88 VREK 100	-	-
05-Va-09	88 VREK 96		-
09-Va-09	88 VREK 99		-

11-Va-09	88 VREK 98		-
04-Va-10	88 VREK 108	0,006	-
06-Va-10	88 VREK 119	-	-
15-Va-10	88 VREK 110	-	-
02-Va-10	88 VREK 109		-
01-Va-11	88 VREK 117	-	-
07-Va-11	88 VREK 112	-	-
13-Va-11	88 VREK 116	-	-
05-Va-11	88 VREK 113		-
09-Va-11	88 VREK 118		-
11-Va-11	88 VREK 115		-
04-Va-12	88 VREK 132	-	-
06-Va-12	88 VREK 130	-	-
14-Va-12	88 VREK 134	-	-
02-Va-12	88 VREK 129		-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg vlees voor chlooramfenicol en kleiner dan 0,010 mg/kg vlees voor sulfonamiden.

De resultaten van het onderzoek naar chlooramfenicol in rundvlees zijn gegeven in tabel 2.

Tabel 2: Analyseresultaten voor chlooramfenicol in monsters rundvlees genomen in het kader van het VREK-programma 1988.

VREK-code	CLRVV nummer	CAP-gehalte mg/kg
03-Ru-01	88 VREK 7	-
05-Ru-01	88 VREK 9	-
02-Ru-02	88 VREK 24	-
12-Ru-02	88 VREK 21	-
03-Ru-03	88 VREK 29	-
05-Ru-03	88 VREK 31	-
02-Ru-04	88 VREK 43	-
12-Ru-04	88 VREK 42	-
03-Ru-05	88 VREK 49	-
05-Ru-05	88 VREK 50	-
02-Ru-06	88 VREK 65	-
12-Ru-06	88 VREK 66	-
03-Ru-07	88 VREK 81	-
05-Ru-07	88 VREK 79	-
02-Ru-08	88 VREK 83	-
12-Ru-08	88 VREK 84	-
03-Ru-09	88 VREK 101	-
05-Ru-09	88 VREK 95	-
12-Ru-10	88 VREK 107	-
03-Ru-11	88 VREK 111	-
05-Ru-11	88 VREK 115	-
02-Ru-12	88 VREK 120	-
12-Ru-12	88 VREK 131	-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg in vlees.

De resultaten van het onderzoek naar chlooramfenicol in kipvlees zijn gegeven in tabel 3.

Tabel 3: Analyseresultaten voor chlooramfenicol in monster kipvlees genomen in het kader van het VREK-programma 1988.

VREK-code	CLRVV nummer	CAP-gehalte mg/kg
05-Ku-02 (36)	88 VREK 32	-
05-Ku-02 (37)	88 VREK 33	-
05-Ku-02 (38)	88 VREK 34	-
05-Ku-02 (39)	88 VREK 35	-
14-Ku-04 (46)	88 VREK 59	-
14-Ku-04 (47)	88 VREK 60	-
14-Ku-04 (48)	88 VREK 61	-
14-Ku-04 (49)	88 VREK 62	-
14-Ku-06 (54)	88 VREK 72	-
14-Ku-06 (55)	88 VREK 73	-
14-Ku-06 (56)	88 VREK 74	-
14-Ku-06 (57)	88 VREK 75	-
06-011 IKB	88 VREK 102	-
06-018 IKB	88 VREK 103	-
07-028 IKB	88 VREK 104	-
05-Ku-08	88 VREK 105	-
15-Ku-10 (67)	88 VREK 121	-
15-Ku-10 (68)	88 VREK 122	-
15-Ku-10 (73)	88 VREK 124	-
15-Ku-11 (74)	88 VREK 125	-
15-Ku-11 (62)	88 VREK 123	-
15-Ku-11 (75)	88 VREK 126	-
15-Ku-11 (76)	88 VREK 127	-
05-Ku-12 (80)	88 VREK 128	-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg in vlees.

De resultaten van het onderzoek naar chlooramfenicol in eieren zijn gegeven in tabel 4.

Tabel 4: Analyseresultaten voor chlooramfenicol in monsters eieren genomen in het kader van het VREK-programma 1988.

VREK-code	CLRVV nummer	gehalte CAP mg/kg
02 a 1-4	88 VREK 36	-
02 b 1-4	88 VREK 37	-
02 c 1-4	88 VREK 38	-
02 d 1-4	88 VREK 39	-
04 a 1-4	88 VREK 55	-
04 b 1-4	88 VREK 56	-
04 c 1-4	88 VREK 57	-
04 d 1-4	88 VREK 58	-
06 e 1-4	88 VREK 86	-
06 f 1-4	88 VREK 87	-
06 g 1-4	88 VREK 88	-
06 h 1-4	88 VREK 89	-
08 a 1-4	88 VREK 90	-
08 b 1-4	88 VREK 91	-
08 c 1-4	88 VREK 92	-
08 d 1-4	88 VREK 93	-
12 e 1-4	88 VREK 139	-
12 f 1-4	88 VREK 140	-
12 g 1-4	88 VREK 141	-
12 h 1-4	88 VREK 142	-
12 a 1-4	88 VREK 135	-
12 b 1-4	88 VREK 136	-
12 c 1-4	88 VREK 137	-
12 d 1-4	88 VREK 138	-

- = kleiner dan 0,005 mg/kg in heel ei.

In totaal zijn er 107 monsters geanalyseerd op chlooramfenicol te weten 36 monsters varkensvlees, 23 monsters rundvlees, 24 monsters kipvlees en 24 monsters ei. In één monster varkensvlees, VREK-code 04-Va-10, werd 0,006 mg/kg chlooramfenicol aangetoond. In de overige monsters werd geen chlooramfenicol aangetoond. Dat betekent dat de gehalten in de vleesmonsters kleiner waren dan 0,005 mg/kg en in de eimonsters kleiner dan 0,002 mg/kg.

Het gemiddelde terugvindingspercentage van de methode voor vlees bedroeg 56,8% (n=18; s=5,2%; VC=9,2%) bij een toevoeging van 0,01 mg/kg. Het gevonden gehalte voor een nieuw positief praktijkmonster bedroeg gemiddeld 16,6 mg/kg (n=7; s=1,1; VC=6,9%). De variatiecoëfficiënten voor het terugvindingspercentage en het referentiemonster liggen duidelijk lager dan in 1987.

De analyseresultaten voor de "blinde" monsters die door de analisten bij elke serie geanalyseerd worden zijn gegeven in tabel 5.

Tabel 5: Overzicht van verwachtte en gevonden analyseresultaten voor "blinde" CAP monsters geanalyseerd in het kader van het VREK-programma 1988.

maand	verwachte gehalte CAP in mg/kg	gevonden gehalte CAP in mg/kg
januari	0,011	0,010
februari	0,010	0,010
maart	0,016	0,018
april	0,010	0,011
mei	0,012	0,010
juni	0,007	0,008
juli	0,021	0,016
augustus	0,011	0,011
september	< 0,002	< 0,002
oktober	< 0,002	< 0,002
november	< 0,002	< 0,002
december	0,010	0,009

Deze resultaten zijn goed.

Het gemiddelde terugvindingspercentage voor eimonsters bedroeg 74,2% (n=4; s=9,5; VC=12,8%) bij een toevoeging van 0,01 mg/kg.

Sulfonamiden zijn bepaald in 60 monsters varkensvlees. In één van de monsters, VREK-code 05-Va-01, werd een gehalte gevonden van 0,9 mg/kg sulfamethazine.

In 2 monsters werd sulfamethazine aangetoond in het concentratiebereik van 0,01 tot 0,1 mg/kg. In 5% van de monsters varkensvlees werd dus een sulfonamide gehalte aangetoond boven 0,01 mg/kg.

Nog eens 8 monsters zijn als verdacht aangemerkt. In die monsters waren de (eventuele) gehalten lager dan 0,01 mg/kg.

In alle gevallen werd het referentiemonster dat ca. 8 µg/kg sulfamethazine bevat positief bevonden op sulfamethazine.

De analyseresultaten van de "blinde" sulfamonsters zijn gegeven in tabel 6.

Tabel 6: Overzicht van verwachte en gevonden analyseresultaten voor "blinde" sulfamonsters geanalyseerd in het kader van het VREK programma 1988.

maand	monster	alle componenten gevonden
juli	B	ja
augustus	A	ja
september	D	ja
oktober/november	C	ja
december	D	ja

A: 14 ppb sulfadiazine; 9 ppb sulfamethazine

B: 14 ppb sulfadimethoxine; 14 ppb sulfadiazine; 10 ppb sulfadoxine; 12 ppb sulfachinoxaline

C: 18 ppb sulfamethazine; 14 ppb sulfadimethoxine

D: 10 ppb sulfadoxine

E: blanco

4 CONCLUSIE

In één monster varkensvlees werd 0,006 mg/kg chlooramfenicol gevonden. Alle andere onderzochte vlees- en eimonsters bevatten minder chlooramfenicol dan het laagste gehalte dat met de toegepaste analysemethoden bepaalbaar is.

In één monster varkensvlees werd 0,9 mg/kg sulfamethazine aangetoond. Alle overige varkensvleesmonsters bevatten minder dan 0,1 mg/kg van de afzonderlijke sulfonamiden. Wel werd in 2 monsters varkensvlees sulfamethazine gevonden in het concentratiebereik van 0,01 tot 0,1 mg/kg.

LITERATUUR

RIKILT-rapport 88.16

Samenvatting analyseresultaten voor chlooramfenicol en voor sulfonamiden in vlees- en eimonsters genomen in het kader van het VREK-programma in 1987.

H.J. Keukens, M.M.L. Aerts: RIKILT - Intern Analysevoorschrift A 402.

Vlees - Snelle bepaling van chlooramfenicol - HPLC.

H.J. Keukens

RIKILT-rapport 87.63.

Ringonderzoek residuen van chlooramfenicol in vlees.

Th.G. Polman, M.M.L. Aerts: RIKILT - Intern Analysevoorschrift A 505.
Ei - Bepaling van chlooramfenicol - HPLC.

H.A. Roozendaal, H.J. Keukens, M.M.L. Aerts:

RIKILT - Intern Analysevoorschrift A 156.

Vlees - Bepaling van sulfonamiden - HPTLC.

Haagsma N., v.d. Water C., J. Chromatogr. 333 (1985) 256.